



# Optimalisasi Proses Isolasi Etil Parametoksisinamat (EPMS) Dari Rimpang Kencur dengan Variasi Proses dan Konsentrasi Pelarut

Mohammad Istnaeny Hudha, Elvianto Dwi Daryono, Muyassaroh

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, ITN Malang

Jl. Bendungan Sigura-gura No. 2 Malang 65145

e-mail : [istnaeny.hudha@gmail.com](mailto:istnaeny.hudha@gmail.com)

## ABSTRAK

Etil parametoksisinamat (EPMS) adalah salah satu senyawa hasil isolasi rimpang kencur (*Kaempferia galanga* L.) yang merupakan bahan dasar senyawa tabir surya yaitu pelindung kulit dari sengatan sinar matahari. Untuk mendapatkan proses isolasi dengan hasil yang terbaik terkait dengan metode ekstraksi dan mencari kadar pelarut optimum yang digunakan. Kadar Etil parametoksisinamat dalam simplisia dapat mencapai 2,5 %. Hasil penelitian ini dapat digunakan sebagai dasar untuk proses isolasi Etil parametoksisinamat dari rimpang kencur untuk pengembangan dan penelitian selanjutnya sehingga dapat di peroleh hasil yang lebih baik untuk meningkatkan nilai ekonomis dari tanaman kencur sehingga usaha pembudidayaan tanaman ini akan menguntungkan petani disatu sisi dan produsen kosmetik di sisi lain. Untuk Mendapatkan EPMS dari rimpang kencur terdiri dari 3 tahapan yaitu preparasi, isolasi dan kristalisasi. Metode ekstraksi : maserasi langsung dan remaserasi, konsentrasi pelarut : 50%, 60%, 70%, 80%, 90% dan 99%. Adapun hasil penelitian diperoleh maserasi dengan menggunakan pelarut Ethanol dengan konsentrasi 99% dengan rendemen kristal Etil parametoksisinamat sebesar 0,138%

**Kata kunci:** Kencur, EPMS, Ethanol, Ekstraksi dan Kristalisasi.

## Pendahuluan

Salah satu kandungan kimia dari rimpang kencur adalah Etil parametoksisinamat (EPMS) dari rimpang kencur. Senyawa tersebut banyak digunakan didalam industri kosmetika yaitu sebagai bahan dasar senyawa tabir surya (pelindung kulit dari sengatan sinar matahari) dan dimanfaatkan sebagai obat asma dan anti jamur.

EPMS termasuk dalam golongan senyawa ester yang mengandung cincin benzena dan gugus metoksi yang bersifat nonpolar dan juga gugus karbonil yang mengikat etil yang bersifat sedikit polar sehingga dalam ekstraksinya dapat menggunakan pelarut-pelarut yang mempunyai variasi kepolaran yaitu etanol, etil asetat, metanol, air, dan heksana. Etil parametoksisinamat (EPMS) merupakan komponen utama turunan dari senyawa sinamat. Kadar EPMS dalam simplisia dapat mencapai 2,5%.

Teknik ekstraksi yang banyak digunakan untuk ekstraksi kencur adalah maserasi dan perkolasi. Kelebihan dari proses maserasi adalah kerusakan bahan organik oleh pemanas dapat diminimalkan. Sedangkan kekurangannya yaitu waktu dan tenaga yang lama untuk mendapatkan hasil ekstraksi yang maksimal. Sedangkan pada perkolasi parameter berhentinya pelarut adalah perkolat sudah tidak mengandung senyawa aktif pengamatan secara fisik pada ekstraksi bahan alam terlihat tetesan perkolat sudah tidak berwarna. Kelebihan dari proses ini adalah dapat meminimalkan kerusakan bahan organik karena pemanasan,

Walaupun suatu zat bisa larut dalam pelarut cair, tetapi jumlah yang dapat larut selalu terbatas dan batas itu disebut kelarutan. Suatu larutan lewat jenuh merupakan kesetimbangan dinamis. Kesetimbangan bergeser bila suhu dinaikkan. Pada umumnya kelarutan zat padat

dalam larutan bertambah bila suhu dinaikkan, karena umumnya proses pelarutan bersifat endotermik, tapi ada pula yang sebaliknya.

Kristalisasi adalah proses pembentukan fase padat (kristal) komponen tunggal dari fase cair (larutan atau lelehan) yang multi komponen, dan dilakukan dengan cara pendinginan, penguapan dan atau kombinasi pendinginan dan penguapan.

Senyawa organik padat yang dari reaksi organik diisolasi jarang terbentuk murni. Senyawa tersebut biasanya terkontaminasi dengan sedikit senyawa lain ("impurities") yang dihasilkan selama reaksi berlangsung. Pemurnian senyawa tak murni biasanya dikerjakan dengan rekristalisasi dengan berbagai pelarut atau campuran pelarut.

### Metode Penelitian

Dalam penelitian ini metode yang digunakan adalah metode eksperimen. Metode eksperimen adalah metode perlakuan atau penelitian secara langsung pada bahan yang akan diteliti dan menganalisa data yang telah didapat. Adapun variabel penelitian yang digunakan adalah variabel tetap : serbuk kencur: 300 gram, jenis kencur : kencur gajah atau kencur bangkok, umur kencur: 8 – 10 bulan. temperatur isolasi: 400C, pelarut : ethanol, volume pelarut: 900 mL, waktu ekstraksi: 24 jam. Sedangkan variabel berubahnya terdiri dari metode ekstraksi: maserasi langsung dan remaserasi, konsentrasi pelarut : 50%, 60%, 70%, 80%, 90% (diperoleh dari pengenceran Ethanol pa. 96%), 96% dan 99%.

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik, gelas ukur, beaker gelas, centrifuge, kertas saring, corong saring, maserator, thermometer, magnetic stirrer, seperangkat alat Kromatografi, melting point untuk titik leleh 25-300 oC, Rotary vacuum evaporator, penangas es, oven, FTIR Spectroscopy.

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah rimpang kencur, larutan ethanol, kertas saring Whatman, Methanol, aquadest.

### Prosedur Penelitian

#### Preparasi bahan

1. Rimpang kencur dibersihkan, dikupas sampai kulit dasar terpisah, tinggal yang putih.
2. Kencur dipotong–potong hinggaberukuran kecil agar mudah dikeringkan dengan pengeringan sinar matahari tidak langsung selama 2–3 hari sampai berubah warna menjadi coklat muda.
3. Selanjutnyadihancurkan hingga halus. Serbuk kencur yang halus ini selanjutnya disebut sebagai sample kencur.

#### Maserasi

1. Sebanyak 300 gram serbuk kencur dimasukkan kedalam maserator.
2. Ditambahkan pelarut ethanol dengan konsentrasi yaitu 50% sebanyak 900 mL.
3. Dilakukan pengadukan dan pemanasan supaya sampel dan pelarut bercampur dengan sempurna dan dibiarkan selama 24 jam pada suhu 400C.
4. Cairan ekstrak disaring menggunakan kertas saring sehingga diperoleh larutan kuning.
5. Larutan dipekatkan di bawah tekanan rendah dengan rotary vacuum evaporator sampai volume larutan kira – kira setengahnya menguap.
6. Larutan pekat kemudian didinginkan dengan penangas es sampai suhu 50C hingga terbentuk kristal.
7. Kristal yang diperoleh dicuci dengan methanol dan direkristalisasi sampai diperoleh Kristal jarum yang tidak berwarna.
8. Disentifugasi untuk memisahkan Kristal dan larutan, kemudian disaring/filtrasi.
9. Kristal dikeringkan dan ditimbang
10. Dilakukan uji kromatografi, bentuk Kristal, titik leleh EPMS dan FTIR
11. Mengulangi prosedur di atas untuk pelarut dengan konsentrasi 60%, 70%, 80%, 90%, 96% dan 99%.

## Remaserasi

1. Sebanyak 300 gram serbuk kencur direndam dengan menggunakan 300 mL pelarut ethanol dengan konsentrasi yaitu 50% di dalam maserator.
2. Dilakukan pengadukan selama 8 jam pada suhu 400C.
3. Dilakukan penyaringan.
4. Cairan ekstrak ditampung dan residu direndam lagi dengan pelarut ethanol.
5. Dilakukan pengadukan kembali selama 8 jam dan pemanasan pada suhu 400C.
6. Setelah itu dilakukan penyaring kembali.
7. Cairan ekstrak ditampung dan residu kembali direndam dengan pelarut ethanol
8. Dilakukan pengadukan kembali selama 8 jam dan pemanasan pada suhu 400C (Total waktu yang digunakan adalah 24 jam).
9. Ketiga cairan ekstrak dicampur.
10. Dipekatkan dibawah tekanan rendah dengan rotary vacuum evaporator hingga volume larutan kira – kira setengahnya.
11. Larutan tersebut selanjutnya didinginkan dalam penangas es untuk mendapatkan kristal EPMS.
12. Kristal dicuci dengan Methanol dan direkristalisasi sehingga diperoleh Kristal berbentuk jarum yang tidak berwarna.
13. Disentrifugasi untuk memisahkan kristalnya.
14. Kristal yang terbentuk di keringkan dan ditimbang.
15. Dilakukan Uji Kromatografi, Bentuk Kristal,, Titik Leleh EPMS dan FTIR
16. Mengulangi prosedur diatas untuk pelarut dengan konsentrasi 60%, 70%, 80%, 90%, 96% dan 99%.

## Hasil dan Pembahasan

Dilakukan evaporasi dengan Rotary Vakum Evaporator pada tekanan 400 mbar dan temperature pemanas 52°C selama kurang lebih 3–4 jam. Adapun hasilnya dapat dilihat pada table berikut ini

Tabel 1. Hasil pengamatan proses evaporasi cairan ekstrak dengan Rotary Vacuum Evaporator

No	Konsentrasi Ethanol (%)	Evaporasi dengan Rotary Vacuum Evaporator	
		Maserasi	Remaserasi
1	50	110 mL cairan pekat kecoklatan	130 mL cairan pekat kecoklatan
2	60	170 mL cairan pekat kecoklatan	190 mL cairan pekat kecoklatan
3	70	200 mL cairan pekat kecoklatan	170 mL cairan pekat kecoklatan
4	80	180 mL cairan pekat kecoklatan	140 mL cairan pekat kecoklatan
5	90	130 mL cairan pekat kecoklatan	110 mL cairan pekat kecoklatan
6	96	150 mL cairan pekat kecoklatan	180 mL cairan pekat kecoklatan
7	99	180 mL cairan pekat kecoklatan	120 mL cairan pekat kecoklatan

Selanjutnya cairan ekstrak hasil evaporasi didinginkan dalam penangas es beberapa menit untuk pembentukan kristal. Kristal yang terbentuk kemudian dilarutkan dengan methanol dan dilakukan rekristalisasi untuk menghilangkan pengotor, dan dicentrifuge untuk memisahkan kristal dari pelarut kemudian dikeringkan dengan oven.

Berikut data pengamatan pembentukan kristal *Etil parametoksisinamat* dari penelitian:

Tabel 2. Data hasil pengamatan pada proses Kristalisasi EPMS.

No	Konsentrasi Ethanol (%)	Hasil Pengamatan dari Proses Kristalisasi	
		Maserasi	Remaserasi
1	50	Tidak terbentuk kristal	Tidak terbentuk kristal
2	60	Tidak terbentuk kristal	Tidak terbentuk kristal
3	70	Tidak terbentuk kristal	Tidak terbentuk kristal
4	80	Tidak terbentuk kristal	Tidak terbentuk kristal
5	90	Tidak terbentuk kristal	Tidak terbentuk kristal
6	96	0.3422 gr Kristal	0.0901 gr Kristal
7	99	0.4143 gr Kristal	0.1015 gr Kristal

Pada sampel yang tidak terbentuk kristal, dilanjutkan disimpan dalam lemari pendingin selama 1 hari untuk memastikan pembentukan kristal yang lebih lama. Ternyata masih juga tidak terbentuk kristal.

Kristal yang terbentuk diuji dan diidentifikasi kristal *Etil parametoksisinamat*. Data hasil pengujiannya adalah sebagai berikut :

Tabel 3 Data hasil pengujian Kristal EPMS

No	Ekstraksi	Konsentrasi Ethanol (%)	Pengujian Kristal Etil Parametoksisinamat		
			Bentuk Kristal	Titik Lebur (°C)	KLT
1	Maserasi	96	Kristal bentuk jarum	48.2	0.87
2	Maserasi	99	Kristal bentuk jarum	48.3	0.85
3	Remaserasi	96	Kristal bentuk jarum	48.1	0.86
4	Remaserasi	99	Kristal bentuk jarum	48.2	0.87

### Pembahasan

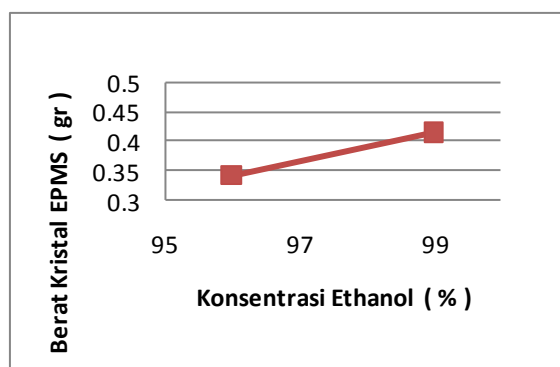
Pada proses ekstraksi dengan metode maserasi dan remaserasi memberikan hasil pengamatan yang sama yaitu cairan ekstrak yang berwarna kecoklatan dan sedikit partikel – partikel kecil di bagian bawah. Cairan ekstrak yang pekat merupakan kondisi yang supersaturation atau lewat jenuh yang menjadi tahap pertama dari pembentukan kristal *Etil Parametoksisinamat*. Pada kondisi lewat jenuh dengan pendinginan akan terbentuk kristal.

Diperoleh hasil ekstraksi dengan jumlah volume yang bermacam – macam disebabkan karena ada sebagian pelarut yang terserap simplisia kering pada saat kontak antara fase padat dan fase cair yang tidak mampu dipisahkan kembali secara sempurna pada saat penyaringan.

Evaporasi dengan menggunakan Rotary Vacuum Evaporator pada suhu 52°C, tekanan 400 mbar, karena titik didih pelarut Ethanol yang akan dipisahkan yaitu 78°C lebih tinggi dari senyawa Etil parametoksisinamat yang akan diisolasi yaitu mempunyai titik leleh 48 -50°C. Dengan kondisi vakum maka Ethanol dapat diuapkan pada suhu dibawah 50°C, tekanan vakum yang digunakan pada saat evaporasi adalah 400 mbar. Volume ethanol yang dipisahkan pada Rotary Vacuum Evaporator (dengan ekstraksi Maserasi ) mencapai 370 – 480 mL sedangkan untuk ekstraksi Remaserasi mencapai 180 – 260 mL. Pada proses Maserasi lebih banyak pelarut ethanol yang mampu didapatkan dari pada menggunakan proses Remaserasi karena jumlah filtrat yang diperoleh dari hasil ekstraksi lebih banyak diperoleh dengan menggunakan Maserasi dari pada menggunakan proses Remaserasi. Evaporasi berlangsung selama 3 – 4 jam sampai pelarut ethanol tidak menetes dari kondensor ke labu penampung pelarut yang dipisahkan.

Secara keseluruhan hasil pengamatan dari cairan ekstrak yang dievaporasi adalah cairan pekat berwarna kecoklatan dengan aroma khas kencur. Kemudian keseluruhan sampel hasil evaporasi didinginkan dalam penangas es kurang lebih 15 – 30 menit untuk terbentuknya Kristal EPMS. Pada proses pembentukan Kristal tersebut, pelarut ethanol yang digunakan dengan variasi konsentrasi 50%, 60%, 70%, 80% dan 90% baik ekstraksi secara Maserasi maupun Remaserasi, memberikan hasil yang sama yaitu tidak terbentuk Kristal EPMS. Sedangkan pelarut ethanol dengan konsentrasi 96% dan 99% baik ekstraksi Maserasi dan Remaserasi menghasilkan Kristal berwarna kekuningan. Hal ini disebabkan karena pada variasi konsentrasi 50%, 60%, 70%, 80% dan 90% masih terdapat air yang tertinggal didalam larutan yang tidak dapat dipisahkan menggunakan Rotary Vacuum Evaporator. Tekanan Evaporator 400mbar masih belum mampu memisahkan air dalam larutan. Keberadaan air dalam larutan membuat suasana larutan tidak mampu mencapai keadaan jenuh yang menjadi prasyarat pembentukan Kristal EPMS, sehingga Kristal tidak terbentuk. Sedangkan pada pelarut ethanol dengan konsentrasi 96% dan 99% meskipun masih terdapat sedikit air secara teoritis  $\pm 4\%$  dan 1% masih mampu terbentuk Kristal sebab konsentrasi keduanya merupakan konsentrasi yang ideal, sesuai dengan sifat Etil parametoksisinamat yang relatif non polar dan memiliki gugus-gugus karbonil yang mengikat etil yang bersifat sedikit polar. Sifat sedikit polar yang dimiliki EPMS sesuai dengan sifat sedikit polar yang dimiliki pelarut ethanol 96% dan 99% (berkaitan dengan persentase air dalam pelarut Ethanol). Volume air dengan komposisi 10% (90% ethanol) lebih dirasa terlalu bersifat polar sehingga tidak sesuai dengan Etil parametoksisinamat.

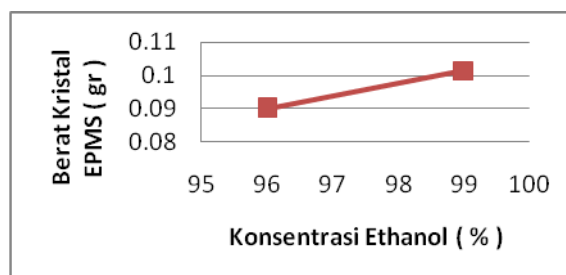
Selanjutnya kristal berwarna kekuningan tersebut dilarutkan kembali menggunakan Methanol dan disaring untuk menghilangkan pengotor. Filtrat hasil penyaringan kemudian di keringkan dalam oven dengan suhu 30°C selama kurang lebih 30 menit. Kemudian diperoleh Kristal EPMS yang berwarna putih.



Gambar 1. Grafik hubungan konsentrasi Ethanol dengan berat Kristal EPMS pada proses maserasi.

Pada proses ekstraksi dengan metode maserasi dengan menggunakan pelarut ethanol 99% lebih banyak menghasilkan Kristal EPMS dari pada menggunakan pelarut Ethanol 96%. Karena semakin tinggi kemurnian pelarut Ethanol yang digunakan maka semakin mendekati sifat kepolaran dari EPMS yang akan diisolasi sehingga makin banyak senyawa EPMS yang dapat diikat oleh pelarut EPMS dan makin banyak pula Kristal EPMS yang terbentuk.

Pada proses ekstraksi dengan metode Remaserasi dengan pelarut Ethanol 99% juga lebih banyak menghasilkan Kristal EPMS dari pada pelarut Ethanol dengan konsentrasi 96%. Sedangkan perbandingan antara kedua metode ekstraksi, metode maserasi lebih baik dari pada Remaserasi karena pada proses maserasi semakin banyak jumlah pelarut ethanol dan semakin lama kontak antara pelarut dengan senyawa EPMS yang akan diisolasi sehingga semakin banyak EPMS yang dapat diikat atau dilarutkan dan Kristal EPMS yang terbentuk juga semakin banyak.



Gambar 2. Grafik hubungan konsentrasi Ethanol dengan berat Kristal EPMS pada proses Remaserasi

Tabel 3. Data perhitungan Rendemen EPMS

No	Metode Ekstraksi	% Ethanol	Berat Simplisia ( gr )	Berat Kristal EPMS ( gr )	% Rendemen
1	Maserasi	96	300.1	0.3422	0.114
2	Maserasi	99	300.2	0.4143	0.138
3	Remaserasi	96	300.0	0.0901	0.030
4	Remaserasi	99	300.1	0.1015	0.034

Jadi kondisi yang paling baik untuk isolasi Etil parametoksisinamat yang paling optimum dengan menggunakan pelarut Ethanol adalah menggunakan metode ekstraksi Maserasi dan konsentrasi pelarut Ethanol 99%.

Dari pengujian Kristal Etil parametoksisinamat, bentuk kristal yang diamati dibawah mikroskop diperoleh bentuk kistal seperti jarum putih kecil dan tidak beraturan. Pada pengujian titik leleh juga diperoleh titik leleh yang mendekati standart EPMS yaitu 48 – 50°C. Pada



pengujian Kromatografi Lapis Tipis diperoleh nilai  $R_f$  yang sama dengan nilai standard EPMS = 0.87.

Dilakukan identifikasi Kristal EPMS dengan menggunakan FTIR melalui pendekatan gugus – gugus yang dibentuk karena serapan pada panjang gelombang seperti yang ditunjukkan pada tabel berikut.

Pada spectrum FTIR ditunjukkan adanya gugus C – H pada panjang gelombang 1500 – 1200, gugus carbonil C = O pada 2000 – 1700, gugus ester C – O – C pada panjang gelombang 1500 – 1690.

### Kesimpulan

Metode ekstraksi yang paling sesuai untuk mengisolasi Etil parametoksisinamat adalah maserasi dengan menggunakan pelarut Ethanol dengan konsentrasi 99% dengan rendemen kristal *Etil parametoksisinamat* sebesar 0,138%.

### Daftar Pustaka

1. Anonim, 2006. *Kencur*. <http://id.wikipedia.org/wiki/kencur>. Diakses tanggal (17/10/2012).
2. Fessenden and Fessenden.1992.*Kimia Organik Jilid II*. Jakarta : Erlangga.
3. Dyatmoko, W., Santosa, M.H., Hafid, A.F, dan Budiati, A.S., 1995, *Validasi Senyawa Etil-p-Metoksi sinamat secara Densitometer dalam Standarisasi Produk Jadi yang Mengandung Ekstrak Ethanol dari Rimpang Kencur (Kaempferia galanga L.)* Laporan Penelitian. Lembaga Penelitian Universitas Airlangga. Surabaya.
4. Innayatullah, M. S., 1997, “Standarisasi Rimpang Kencur dengan parameter Etil Parametoksisinamat”, Skripsi Fakultas Farmasi Universitas Airlangga. Surabaya.
5. Jani, 1993.,”Uji aktivitas Tabir Matahari Senyawa Etil Parametoksi Transinamat dari Rimpang Kencur (*Kaempferia Galanga Linn*)”. Skripsi Fakultas Farmasi Universitas Surabaya. Surabaya.
6. Rosbina B., 2008, “Amidasi EPMS yang diIsolasi dari Kencur (*Kampferia galanga L.*)”, Universitas Sumatra Utara, Medan, Diakses tanggal (25,09,2012).
7. Soeratri W., Iffansyah N., Fitrianingrum D., 2005, Penentuan Stabilitas Sediaan Krim Tabir Surya dari Bahan Ekstrak Rimpang Kencur (*Kaempferia galanga L.*), Lembaga Penelitian Universitas Airlangga, Surabaya. Diakses tanggal (07,08,2012).
8. Taufikurohmah T, 2005, “Sintesis p-Metoksisinamil p-Metoksisinamat dari Etil p-Metoksisinamat Hasil Isolasi Rimpang Kencur (*Kaempferia galanga L.*) sebagai Kandidat Tabir Surya”. Universitas Negeri Surabaya, Surabaya. Diakses tanggal (07,08,2012).
9. Taufikurohmah T., Rusmini, Nurhayati, 2008, “Penentuan Pelarut dan Optmasi Suhu pada Isolasi Senyawa Etil Para Metoksi Sinamat (EPMS) dari Rimpang Kencur Sebagai Bahan Tabir Surya pada Industri Kosmetik”. Universitas Negeri Surabaya, Surabaya. Diakses tanggal (07,08,2012).